

eingereicht/handed in: 14.06.2018  
angenommen/accepted: 24.09.2018

**M. Sc. Tim Bäuerle<sup>1</sup>, Dr. Edwin Ostertag<sup>1</sup>, M. Sc. Tobias Drieschner<sup>1</sup>, Dr. Anita Lorenz<sup>1</sup>,  
Dipl.-Ing. Joachim Mannhardt<sup>2</sup>, Prof. Dr. Günter Lorenz<sup>1</sup>, Prof. Dr. Karsten Rebner<sup>1</sup>**

**<sup>1</sup>Lehr- und Forschungszentrum Process Analysis and Technology (PA&T), Hochschule Reutlingen**

**<sup>2</sup>Blue Ocean Nova AG, Aalen**

## ***Cleaning in Place Konzept zum Dauerbetrieb optischer Sonden in der Prozessanalytik der Polymerextrusion***

*Die kontinuierliche Erfassung von Qualitätsparametern ist eine zunehmende Anforderung in der Polymerextrusion. Die optische Spektroskopie kann diese Anforderung erfüllen, da sie neben der Farbe weitere Parameter wie beispielsweise chemische Eigenschaften, Trübungsgrad oder Partikelgröße erfasst. Dabei werden für Inline-Messungen im Extruder optische Sonden eingesetzt. Im laufenden Betrieb bilden sich Ablagerungen auf den Sondenfenstern. Dieser Beitrag präsentiert ein neues Cleaning in Place Konzept, mit dessen Hilfe die Fenster auch während der Produktion ohne Unterbrechung gereinigt werden können. Auch die Kalibrierung der Messtechnik ist dabei möglich. Das verhindert Rüstzeiten und sichert eine kontinuierliche Inline-Messung.*

## ***Cleaning in place concept for continuous operation of optical probes in process analytics of polymer extrusion***

*The continuous monitoring of quality parameters is an increasing requirement in polymer extrusion. Optical spectroscopy can fulfill this requirement as it detects other parameters besides color, such as chemical properties, turbidity or particle size. Here, optical probes are used for inline measurements in the extruder. During operation, material can accumulate on the probe windows (window fouling). This article presents a new cleaning in place concept that allows windows to be cleaned without interruption during production. Additionally, the calibration of the measurement system is possible. This prevents set-up times and ensures a continuous inline measurement.*

# Cleaning in Place Konzept zum Dauerbetrieb optischer Sonden in der Prozessanalytik der Polymerextrusion

T. Bäuerle, E. Ostertag, T. Drieschner, A. Lorenz, J. Mannhardt, G. Lorenz, K. Rebner

## 1 EINLEITUNG

Jedes Jahr werden weltweit mehrere Millionen Tonnen Kunststoff produziert. Im Jahr 2015 lag die Weltproduktion bei rund 269 Millionen Tonnen [1]. Allein in Deutschland wurden im Jahr 2016 in 2906 Kunststoff verarbeitenden Betrieben rund 60,8 Milliarden Euro erwirtschaftet [2]. Die Kunststoffindustrie ist somit nicht nur in Deutschland, sondern auch weltweit einer der bedeutendsten Industriezweige für die Wirtschaft. Stetig zunehmender Wettbewerb, höhere Qualitätsanforderungen und der Druck zur Kostenreduktion zwingen die Kunststoff verarbeitenden Betriebe immer mehr, ihre Prozessanlagen kontinuierlich zu überwachen. Prozessanalytische Werkzeuge helfen, Fehlproduktionen zu vermeiden, wodurch Betriebe effektiver produzieren. Neben dem Preis ist die Produktqualität wettbewerbsfähig hoch relevant. Für die Qualitätsüberwachung stellt die Inline-Prozessanalytik empfindliche und zeitaufgelöste Messtechniken zur Verfügung. Die Weiterentwicklung dieses Technologiefeldes wird vor allem durch Verarbeiter hochwertiger Polymere vorangetrieben, die häufig im pharmazeutischen und medizintechnischen Bereich angesiedelt sind [3-5].

Eine verbreitete Technik der Polymerverarbeitung ist die Extrusion. Je nach Anwendung müssen dabei unterschiedliche Qualitätsparameter erfasst werden. Bei der Verarbeitung von Massentpolymeren wie Polyethylen oder Polypropylen zu Rohren, Verpackungen, Gebrauchsgegenständen und Textilien sind die Hauptthemen die Messung der Farbe und der Transparenz (Trübungswert, Haze). Weiter wird die Charakterisierung von modifizierten und funktionalisierten Kunststoffen, beispielsweise aus der reaktiven Extrusion, zunehmend nachgefragt [6, 7]. Bei der reaktiven Extrusion ist neben der Schmelztemperatur die Verweilzeit der wichtigste Faktor für eine erfolgreiche Reaktion im Extruder [8]. Ebenso steigt die Nachfrage für das Monitoring von Additiven und Füllstoffen in Compounds [9]. Gerade bei der Compoundierung ist eine hohe Mischgüte unerlässlich. Diese ist stark abhängig vom Prozess und beeinflusst in hohem Maße die Eigenschaften des Produkts [10]. In Spezialanwendungen wie der Pharmaproduktion bestehen noch weitergehende Anforderungen: Chemische und physikalische Eigenschaften müssen im Hinblick auf die Freisetzungskinetik der Wirkstoffe überwacht werden. Dazu gehören Konzentrationen und morphologische Eigenschaften von Wirkstoffen

wie kristalline und amorphe Anteile [11]. Mit Hilfe der Heißschmelz-Extrusion (Hot Melt Extrusion, HME) werden Wirkstoffe in eine Polymermatrix eincompoundiert und anschließend zu Tabletten weiterverarbeitet. Auch in der Lebensmittelherstellung wird die Extrusion als Verarbeitungstechnik sehr häufig angewandt [12]. Neben der Farbe werden Qualitätsmerkmale wie Röstgrad oder Wassergehalt beispielsweise bei Lebensmitteln aus Cerealien überwacht [13].

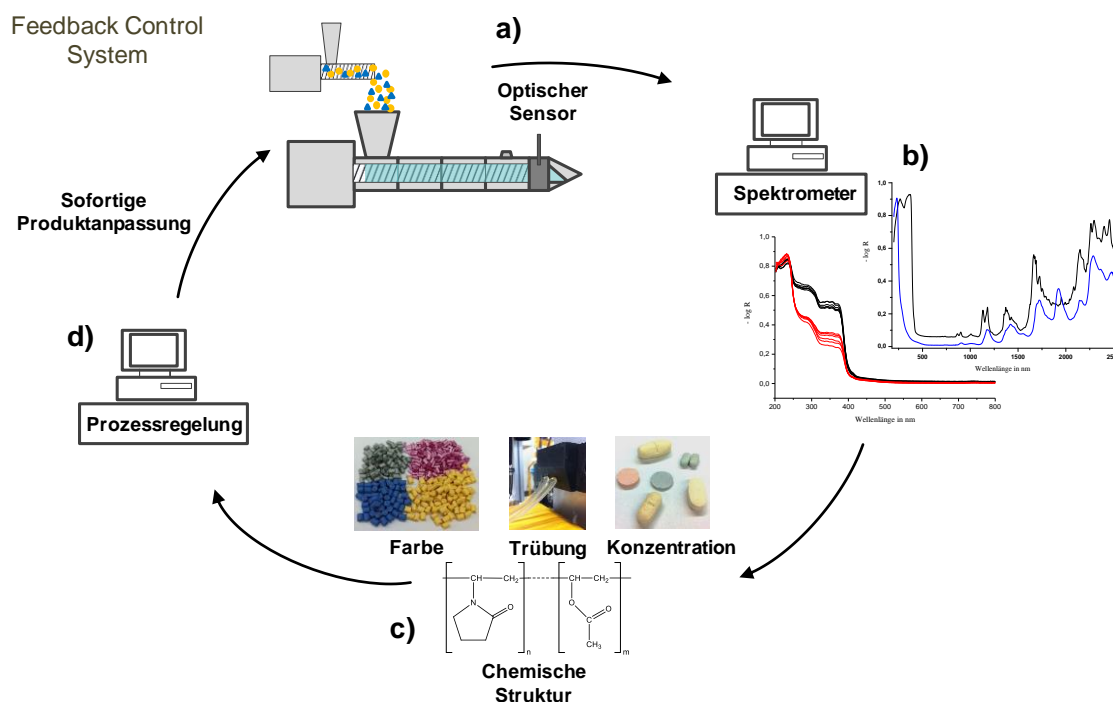
Aktuell werden in der täglichen Praxis einige Parameter noch immer offline gemessen. Dabei kommen neben thermischen und mechanischen Analysenmethoden auch optische Messtechniken zum Einsatz [14]. Mit der optischen Spektroskopie werden Qualitätsmerkmale wie die Farbe, die Trübung, die Konzentration eines bestimmten Stoffes im Polymer oder auch die gewünschte chemische Struktur analysiert. Die optische Spektroskopie bietet den Vorteil, dass sie nicht nur offline als Labormethode zur Verfügung steht, sondern mittels Prozessspektrometer auch direkt in die Verfahrensstrecke eingekoppelt werden kann. Die zeitlich und häufig auch örtlich vom eigentlichen Produktionsprozess entkoppelten Offline-Laboranalysen einzelner Stichproben sind dem Anspruch einer kontinuierlichen Prozessüberwachung mit idealerweise darauf basierender Prozessregelung nicht gewachsen [15]. Bis zum Vorliegen des Analysenergebnisses kann viel Zeit vergehen, im Extremfall bis zu mehreren Tagen. Die Nutzung des Ergebnisses als Feedback zur Prozesssteuerung wird dadurch erheblich erschwert. Eine nicht rechtzeitig erkannte Qualitätsabweichung kann dabei eine große Menge Ausschuss bedeuten. Außerdem werden Qualitätsschwankungen innerhalb eines Batches mitunter unzureichend erfasst, da die Offline-Analytik es aus Zeit und Kostengründen nicht erlaubt, jede Teilmenge zu charakterisieren.

## **2        INLINE-MONITORING VON EXTRUSIONSPROZESSEN IN ECHTZEIT MIT HILFE DER OPTISCHEN SPEKTROSKOPIE**

Die Extrusion ist ein kontinuierliches Verarbeitungsverfahren, bei dem Rohmaterialien über ein Feed-System in den Extruder gespeist werden und während der Extrusion mit Hilfe einer oder mehrerer rotierender Schnecken gefördert, plastifiziert, homogenisiert, verdichtet und anschließend durch eine Düse gedrängt werden, Bild 1 a).

In der Regel werden in der Extrusion lediglich die Parameter Druck, Temperatur und Drehmoment in Echtzeit erfasst. Korrelationen dieser Parameter zu Produktqualitäten sind nur selten direkt etablierbar. An dieser Stelle bietet sich die Nutzung der optischen Spektroskopie an. Sie ermöglicht ein nicht-invasives Messen und ist dabei nicht destruktiv. Hoch empfindlich, selektiv, schnell und kostengünstig sind weitere Attribute, weshalb sich die Spektroskopie bereits in der Prozessanalytik der chemischen Industrie durchgesetzt hat.

Ein für Kunststoffhersteller sehr wichtiges ästhetisches Qualitätsmerkmal ist die Farbe, da diese direkt den Verbraucher anspricht [16]. Die in der Extrusion derzeit am weitesten verbreitete Nutzung der optischen Spektroskopie für die Messung der Farbe findet im sichtbaren Spektralbereich statt (VIS) [17]. Aus den VIS-Spektren wird anhand der Absorption einer Probe die Farbe derselben abgeleitet [18]. Die Erweiterung des sichtbaren Spektralbereiches um den ultravioletten (UV) Bereich ermöglicht die Bestimmung chemischer Komponenten [19]. Auch Trübungsmessungen anhand des Transmissions- oder Reflexionsgrades sind mit dieser Technik möglich. Darüber hinaus können Verweilzeiten durch Detektion von Tracern mit der optischen Spektroskopie gemessen werden [20-22]. Weitere spektroskopische Verfahren, wie die Nahinfrarot, die Mittel- und Ferninfrarot- sowie die Raman-Spektroskopie erlauben Aussagen über die molekulare bzw. chemische Struktur einer Probe [23]. Neben qualitativer Identifizierung sind auch quantitative Konzentrationsbestimmungen eines bestimmten Stoffes in der Probe möglich. Einen Überblick über die Nutzung der optischen Spektroskopie in der Extrusion geben [24] und [11].



**Bild 1:** Feedback Control System bei Extrusionsprozessen mit der optischen Spektroskopie als prozessanalytischer Sensor. a) Integration eines optischen Sensors in den Extruder. b) Spektroskopische Messung in Echtzeit. c) Qualitätsparameter werden aus spektralen Signaturen abgeleitet. d) Einspeisung der Messwerte in Prozess-Regelkreise.

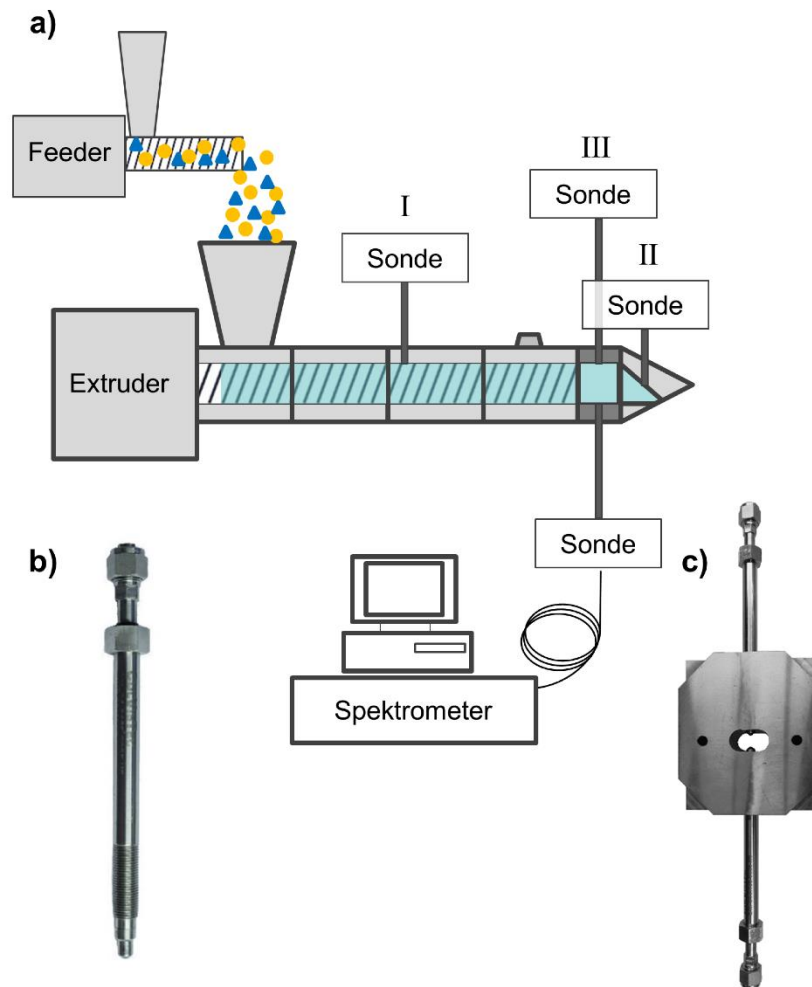
Mit Hilfe von speziellen optischen Sonden, die in die Prozesslinie integriert werden, können relevante Prozessparameter direkt am Ort des Geschehens gemessen werden, Bild 1 a). Die Aufnahme der spektralen Signaturen findet in Echtzeit statt, Bild 1 b). Anhand der spektralen Echtzeitinformationen sind Farbe, Trübung, chemische Zusammensetzung und damit Qualitätsparameter zeitaufgelöst verfügbar, Bild 1 c). Durch die Einbindung der Messwerte in Regelkreise sind sofortige Produktionsanpassungen bei Prozessabweichungen möglich, was ein wichtiges Kriterium für eine kontinuierliche Produktion darstellt, Bild 1 d). Perspektivisch könnte sogar auf eine Echtzeit-Produktfreigabe umgestellt werden (Real-Time Release) [25].

Die Integration der spektroskopischen Sonden kann bei der Extrusion an unterschiedlichen Positionen erfolgen. Entweder entlang der Kompressions- oder Meteringzone auf Höhe der Schnecken, Bild 2 a), mit Position I, oder in der Düse, Position II. Durch den Einsatz eines speziellen Messmoduls, das zwischen dem Ende der Meteringzone und vor der Düse eingebaut wird, können ebenfalls Sonden integriert werden, Position III.

Der Einbau der Sonden auf Höhe der Schnecken ist insbesondere bei der reaktiven Extrusion interessant, da so der Verlauf der Reaktion direkt inline im Prozess verfolgt werden kann [26]. Diese Position I hat jedoch auch gewisse Nachteile:

1. Es kann mit vertretbarem Aufwand nur in Reflexion gemessen werden, da die Schnecken eine Messung in Transmission erschweren.
2. Die Schnecke selbst reflektiert ebenfalls das Licht, was die Interpretation der Messdaten erschwert.
3. Der Extruder sollte an der Messposition immer vollständig gefüllt sein, da es sonst zu Messungenauigkeiten kommen kann.
4. Das Sondenfenster muss mit der Wandung des Schmelzekanals bündig abschließen, um mögliche Beschädigungen durch die rotierenden Schnecken zu vermeiden und den Materialstrom nicht negativ zu beeinflussen.

Vorteilhafter hingegen ist die Messung in einem anschließenden Messmodul oder in der Düse. An diesen Positionen ist gewährleistet, dass das komplette Messvolumen gefüllt ist und die Sonde in die Schmelze hineinragen kann. Es sind Messungen sowohl in Reflexion als auch in Transmission möglich. Auch winkelaufgelöste Messungen sind an dieser Position realisierbar. Bild 2 b) zeigt eine spektroskopische Sonde. In Bild 2 c) ist ein Messmodul mit zwei eingeschraubten Sonden in Transmission dargestellt.

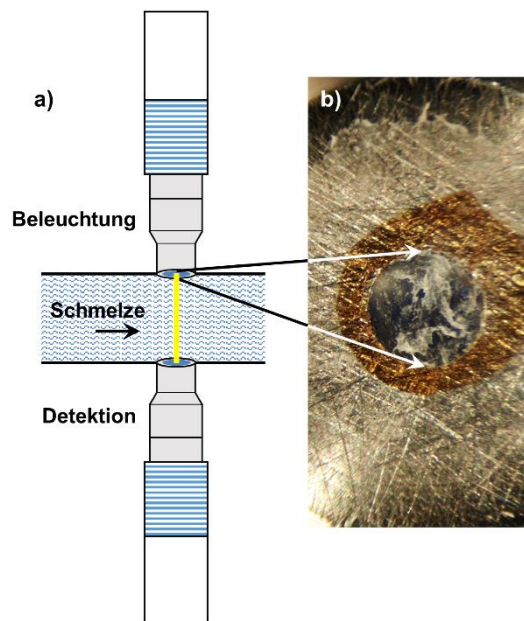


**Bild 2:** a) Schematische Darstellung eines Extruders mit Positionen für die Sondenintegration. Position I: Auf der Verfahrensstrecke. Position II: In der Düse. Position III: Nach der Meteringzone und vor der Düse in einer Prozess-Schnittstelle. b) Beispiel einer spektroskopischen Sonde mit Standardgewinde und Sondenfenster an der Sondenspitze. c) Aufbau mit zwei Sonden in Transmission.

### 3 DAUERBETRIEB ALS HERAUSFORDERUNG BEI SPEKTROSKOPISCHEN SONDEN IN DER EXTRUSION

Während des Extrusionsprozesses treten hohe Temperaturen, hohe Drücke und starke mechanische Belastungen auf. Online- und Inline-Messgeräte müssen diesen rauen Prozessbedingungen standhalten. Aus diesem Grund ist eine hohe Robustheit unerlässlich. Eine große Herausforderung, die bei kontinuierlich laufenden Prozessen immer wieder auftritt, stellt die Reinigung der Messsonden sowie die Kalibrierung dar. Insbesondere bei optischen

Sonden können Materialablagerungen auf Fenstern (Window Fouling) zu Verfälschungen des Messsignals oder sogar zum Ausfall des Sensors führen [27, 28]. Bild 3 zeigt eine festhaftende Polymerablagerung auf dem Sondenfenster nach einer Extrusion. Zur Reinigung und Wartung der Sonden, genauer gesagt der optischen Fenster, muss der Prozess in der Regel gestoppt werden, da die Sonden nicht ohne weiteres dem laufenden Prozess entnommen werden können. Die Schmelze würde beim Ausbau aus den Bohrungen fließen. Die Kalibrierung der Sonden kann bislang entweder nur außerhalb der Messstelle oder im abgeschalteten Betrieb durchgeführt werden. Spezifische Prozess-Schnittstellen für den genannten Zweck werden bislang nicht für die Extrusion angeboten. Dieser Beitrag stellt einen Lösungsansatz vor, der die Inline-Echtzeit-Überwachung von kunststoffverarbeitenden Prozessen, wie Extrusion, Spritzguss oder Schmelzspinnverfahren, im Dauerbetrieb ermöglicht.



**Bild 3:** Festhaftende Polymerablagerung auf dem optischen Fenster einer spektroskopischen Sonde (Window Fouling). a) Schmelzekanal mit optischen Sonden in Transmission. b) Fenster mit Materialablagerung.

#### 4 CLEANING IN PLACE KONZEPT FÜR DEN DAUERBETRIEB

Im Dauerbetrieb spektroskopischer Sonden in der Extrusion lagert sich sukzessive Material auf den optischen Fenstern ab. Die Ablagerungen beeinflussen die spektroskopische Messtechnik und müssen regelmäßig

entfernt werden. Zusätzlich erfordern optische Messsysteme in festgelegten Intervallen eine Kalibrierung (Wellenlänge, Intensität) und eine Referenzierung (Abgleich auf eine bekannte Referenz). Wir stellen ein Konzept vor, das die Reinigung, Kalibrierung und Referenzierung während des laufenden Betriebs ermöglicht (Cleaning in Place, CIP).

Das Konzept besteht aus einer Prozess-Schnittstelle, welche einen Zugang zur Messkammer im Extruder im laufenden Betrieb bereitstellt. Sie wird nach der Meteringzone und vor der Düse in die Prozessstrecke integriert gemäß Bild 4 a). Die Schnittstelle verfügt über eine Kammer, in welcher die Messung mit Hilfe der spektroskopischen Inline-Sonden erfolgt. Sie kann zusätzlich temperiert werden. Durch den Schub der sich drehenden Schnecken passiert die Schmelze die Schnittstelle in Richtung Düse.

Die Schnittstelle ist mit zwei drehbaren Schaltzylindern ausgestattet, welche den Schmelzestrom innerhalb der Schnittstelle steuern. In Bild 4 b) ist der Schaltzustand des regulären Prozess- und Messbetriebs dargestellt. Hier behält die Schmelze die Fließrichtung der Prozessstrecke bei. Die spektroskopische Inline-Messung findet in der Messkammer der Prozess-Schnittstelle statt. Dabei wird Licht über die optischen Sonden in den Materialstrom geleitet. Auf physikalischer Ebene können Absorption, Transmission, Reflexion, Fluoreszenz oder Streuung auftreten. Das mit dem Schmelzestrom in Wechselwirkung getretene Licht wird anschließend wieder über optische Sonden aus dem Prozess zum Spektrometer geleitet und dort analysiert. Bild 4 c) zeigt den linken Drehzylinder in der Schaltstellung für den regulären Messbetrieb.

Bild 4 d) demonstriert den Wartungsmodus für die Reinigung und Kalibrierung. Zunächst wird durch Drehen der beiden Zylinder in der Prozess-Schnittstelle der Schmelzestrom über einen Bypass, der in die Schnittstelle integriert ist, umgeleitet. Gleichzeitig öffnet sich ein weiterer Kanal als Zugang zur Messkammer. Darüber werden Spül- und Reinigungsflüssigkeiten zugeführt, die enthaltenes Material inklusive Rückstände auf den Sondenfenstern entfernen. Verbrauchte Lösungen werden in einen Abfallbehälter ausgeleitet.

Bild 4 e) erläutert das Umschaltsystem anhand des linken Drehzylinders der Prozess-Schnittstelle. Die Schmelze wird dabei über einen Bypass zur Düse umgeleitet. Die Messkammer ist nun vom Materialstrom abgetrennt und für die Reinigung und Kalibrierung über Bohrungen zugänglich. Dadurch können folgende Wartungsaufgaben der Referenzierung und Kalibrierung des Messsystems umgesetzt werden:

- Gerätefunktion in festgelegten Intervallen kalibrieren
- Referenzierung auf einen Standard bei der Primärlichtspektroskopie
- Kalibrierung für Quantifizierung von Komponenten in der Schmelze

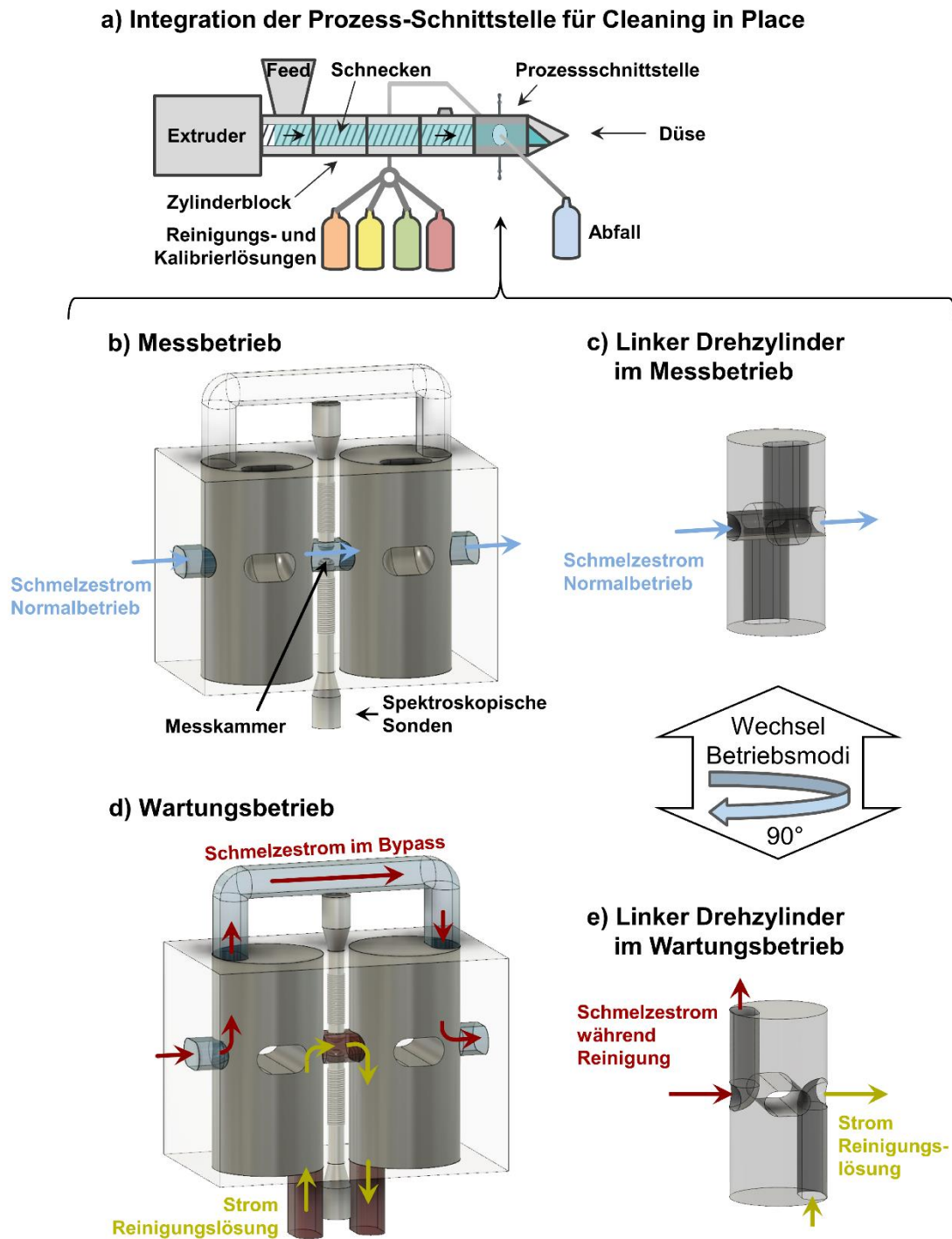


Dieses Vorgehen ist notwendig, da zur Sicherstellung der Gerätefunktion das gesamte Messsystem einbezogen werden muss. Das umfasst nicht nur den Detektor des Spektrometers, sondern auch die Lichtquelle, die Lichtwellenleiter mit ihren Anschlüssen und die Sonden in der Messkammer. Die Wellenlängengenauigkeit muss ebenso gewährleistet sein wie die ausreichende Intensität von Beleuchtung und detektiertem Signal (Response).

Bei der Primärlichtspektroskopie muss die Dynamik des Messsystems mit Hilfe einer Referenz auf die Messaufgabe abgeglichen werden. Für Transmissionsmessungen wird üblicherweise ein Abgleich auf die leere Messkammer durchgeführt. Es werden Beleuchtungsintensität und Integrationszeit ermittelt. Der Messkanal kann hier je nach Messaufgabe mit Luft oder einer geeigneten Flüssigkeit gefüllt sein. Soll dagegen die Trübung der Schmelze inline gemessen werden, können der Messkammer Trübungsstandards zugeführt werden, auf welche bei der Extrusion referenziert wird. Für Reflexions- und Streulichtmessungen werden Referenzen verwendet, die das eingestrahlte Licht winkelabhängig streuen. Dies ist in der Praxis bei stark streuenden Materialien relevant wie beispielsweise Compounds mit partikulären Füllstoffen wie Kreide, Talkum oder Siliziumdioxid. Diese Füllstoffe streuen das über die Sonden eingestrahlte Licht in verschiedene Richtungen relativ zur Einstrahlung. Um die Streueigenschaften von gefüllten Formmassen zu bestimmen, kann der Sensor auf Dispersionen klar definierter Partikel referenziert werden. Eine Dispersion aus Bariumsulfat in Lösungsmittel stellt ein mögliches, klar definiertes Streusystem dar. Nach dem Abgleich der Messtechnik auf ein Referenzsystem für Streuung können während der Kunststoffextrusion Rückschlüsse auf Partikelform, -größe und -konzentration gezogen werden.

Für Quantifizierungen von Komponenten in der Schmelze werden für Kalibrierungen Lösungen verwendet, bei denen eine Komponente in bekannten Konzentrationen vorliegt. Anhand von spektroskopischen Messungen werden Kalibrierfunktionen für diese Komponenten erstellt, die anschließend Konzentrationsbestimmungen in der Schmelze ermöglichen.

Die neu konzipierte Prozess-Schnittstelle ermöglicht es, die Sondenfenster zu reinigen, das Messsystem inklusive der Sonden inline zu kalibrieren und mit bestimmten Referenzlösungen die Dynamik des Messsystems einzustellen. Die Schritte Reinigung, Kalibrierung und Referenzierung können mit geeigneten Pumpsystemen vollautomatisch durchgeführt werden, ohne den Extrusionsprozess zu unterbrechen. Dadurch gibt es keine wartungsbedingten Stillstand- beziehungsweise Rüstzeiten in der Extrusion.



**Bild 4:** *Cleaning in Place Konzept für eine kontinuierliche Inline-Messung mit spektroskopischen Sonden im Extruder. a) Integration der Prozess-Schnittstelle. b) Prozess-Schnittstelle mit zwei Drehzylindern in Stellung Messbetrieb. c) Linker Zylinder im Messbetrieb. d) Prozess-Schnittstelle mit zwei Drehzylindern in Stellung Wartungsbetrieb e) Linker Zylinder im Wartungsbetrieb.*

## 5 DISKUSSION

Für die technische Realisierung des vorgestellten Cleaning in Place Konzepts werden im Folgenden noch einige umsetzungsrelevante verfahrenstechnische Punkte kritisch beleuchtet.

Die Prozess-Schnittstelle verlängert den Fließweg der Schmelze zwischen Schneckenende und Düse. Damit erhöht sich die Verweilzeit im Extruder. Sie hat den größten Einfluss auf die Degradation des Polymers [29]. Der erhöhten Verweilzeit kann entgegengewirkt werden mit einer Anpassung der Schneckenkonfiguration. Bei einem schnellen Umstellvorgang vom regulären Messbetrieb zum Wartungsmodus ändert sich kurzzeitig der Materialdruck, da das freie Volumen im Bypass gefüllt werden muss. Dadurch tritt für einen kurzen Moment kein Extrudat durch die Düse. Das vorgestellte CIP-Konzept sieht dagegen eine langsame Umschaltung zwischen den Schaltmodi des Drehzylinders vor: Der Bypass füllt sich sukzessive in dem Maße, in dem der Hauptstrom reduziert wird. Dadurch befindet sich stets ausreichend Polymer vor der Düse, wodurch eine mögliche Unterbrechung des Materialstroms nach der Düse minimiert wird.

Durch Umschalten zwischen Mess- und Wartungsbetrieb verbleiben mit Polymer gefüllte Totvolumina. Nach Umschalten vom Mess- in den Wartungsbetrieb verbleibt Schmelze sowohl in der Messkammer als auch innerhalb des um 90° gedrehten Kanals im Drehzylinders, Bild 4 d) und e). Nach Umschalten vom Wartungs- in den Messbetrieb verbleibt Schmelze im Bypass und in den Zuleitungen zum Bypass im Drehzylinder, Bild 4 b) und c). Das CIP-Konzept sieht daher vor, diese Polymerrückstände im Schmelzzustand mit Hilfe von Spüllösungen auszutragen. Die Spüllösungen können beispielsweise organische Lösemittel sein, die unter Druck über integrierte Zuleitungen zugeführt werden. Eine Zersetzung von Polymer durch lange Verweilzeit wird damit vermieden.

Die Schmelzetemperaturführung in einem Extruder ist häufig nicht exakt und weicht meist signifikant von den Temperiereinrichtungen ab. Dies liegt an der im Prozess zugeführten Scherenergie. Da diese Energie nicht auf die Kalibrierlösung wirkt, ist davon auszugehen, dass keine Temperaturgleichheit zwischen Polymerschmelze und Kalibrierlösung vorliegt. Messtechnisch ist eine Temperaturgleichheit keine Voraussetzung für eine erfolgreiche Kalibrierung bzw. Referenzierung. Bei einer Kalibrierung wird zum Beispiel in Form eines Nullpunktabgleichs in Luft oder mit Kalibrierlösung festgestellt, ob die Sondenfenster sauber oder mit Material belegt sind. Differenzen zwischen Kalibriertemperatur und regulärer Messtemperatur im Prozess dürfen vernachlässigt werden. Für den Fall, dass keine Prozess-Schnittstelle vorliegt, wird üblicherweise auf herkömmlichem Wege die Sonde extern bei Zimmertemperatur kalibriert. Die Referenzierung dagegen erfordert geringere Temperaturdifferenzen als die Kalibrierung. Daher verfügt die Prozess-

Schnittstelle über eine eingebaute Temperiereinheit, um die auftretenden Differenzen so gering wie möglich zu halten (in Bild 4 nicht dargestellt).

Bei der in Bild 4 präsentierten Ausführungsform der Prozess-Schnittstelle wird über den Zeitraum der Reinigung und Kalibrierung der Produktstrom, welcher im Bypass um die Messkammer herumgeleitet wird, nicht analysiert. Für eine 100 %-Prozesskontrolle ist es jedoch erforderlich, auch dieses Material zu messen. Durch die Einführung einer zweiten Messkammer wird ein Monitoring des Materialstroms zu jedem Zeitpunkt möglich: während in der ersten Messkammer die Wartung stattfindet, wird die Schmelze in die zweite Kammer zur Messung geleitet. Aus Gründen der Übersichtlichkeit ist die Ausführung mit der zweiten Messkammer nicht im Bild enthalten.

Der praktische Mehrwert durch das CIP-Konzept kann aktuell nur grob abgeschätzt werden: Die Einsparung hängt direkt mit der Stillstandzeit zusammen, welche ohne das CIP-Modul für die Sondenreinigung und -kalibrierung vorliegt. Hinzu kommt die Zeit für das erneute Anfahren bis zum stabilen Prozess. Aus Diskussionen mit Herstellern und Verarbeitern von Polymeren ist bekannt, dass der Zeit-, Kosten- und im Pharmabereich auch der regulatorische Aufwand bei solchen Produktionsunterbrechungen als immens hoch bewertet wird [30]. Mit dem vorgeschlagenen CIP-Konzept werden solche Produktionsunterbrechungen hinfällig. Dadurch besitzt die Prozess-Schnittstelle das Potential, die Prozessanalytik im Bereich Extrusion und Compoundierung voranzutreiben.

## 6 ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK

Die optische Spektroskopie als Werkzeug der Prozessanalytik wird im Bereich der Polymerextrusion zunehmend eingesetzt. Die UV/VIS-, Raman- und Fluoreszenzspektroskopie eignen sich zur Bestimmung von Farbe, Trübung und chemischer Zusammensetzung von Polymeren. Für Messungen im Extruder wird unabhängig von der eingesetzten Messtechnik der optischen Spektroskopie ein Messzugang zur Schmelze mit mindestens einem Fenster benötigt. Ein solcher Zugang wird in der Regel mit mindestens einer optischen Sonde bereitgestellt.

Sondenfenster neigen im Dauerbetrieb zur Verschmutzung durch Ablagerungen an der Oberfläche. Dadurch wird das Messsignal beeinträchtigt und kann unter Umständen nicht mehr ausgewertet werden. Daneben müssen optische Spektrometer regelmäßig kalibriert und referenziert werden. Aktuell müssen sowohl für die Reinigung als auch für die Kalibrierung optische Sonden aus dem Extruder ausgebaut werden. Dies führt zu Produktionsunterbrechungen und zusätzlichen Rüstzeiten. Mit Hilfe einer neuartigen Prozess-Schnittstelle wird ein Zugang zu den optischen Sonden bei laufender Extrusion ermöglicht. Der in diesem Beitrag vorgestellte Ansatz erlaubt eine kontinuierliche Produktion und bietet der Kunststoffindustrie die Möglichkeit eines Inline-

Echtzeit-Monitorings der Produktionslinie. Die Messdaten liegen in Echtzeit vor und können damit direkt zur Prozessregelung eingesetzt werden. Damit wird ein genaueres Einhalten spezifizierter Qualitätsparameter möglich. Im Sinne der PAT-Initiative der FDA [31] wird dadurch ein besseres Verständnis der Produktionsprozesse erreicht. Nicht nur für die Pharmaindustrie wird mit dem vorgestellten Ansatz die Echtzeitfreigabe von Produkten ermöglicht (Real-Time Release) [25]. Daneben erfüllt eine auf Kennzahlen basierte digitale Prozessregelung eine Anforderung des Konzepts Industrie 4.0 [32,33]. Allgemein werden durch Kosteneinsparungen bei der Produktion und der Qualitätssicherung höhere Margen möglich. Schließlich kann das größte Ziel, die Kundenzufriedenheit, durch klare Spezifikationseinhaltung gesteigert werden.

## Literatur

- [1] N.N. An analysis of European plastics production, demand and waste data des Verbands der Kunststoffherzeuger PlasticsEurope  
<https://www.plasticseurope.org/application/files/4315/1310/4805/plastic-the-fact-2016.pdf>  
(abgerufen am 23.05.2018)
- [2] N.N. Statistik Kunststoffverarbeitung des Gesamtverbands Kunststoffverarbeitende Industrie e.V.  
<http://www.gkv.de/de/statistik>  
(abgerufen am 23.05.2018)
- [3] Wahl, P. R.;  
Treffer, D.;  
Mohr, S.;  
et al. Inline monitoring and a PAT strategy for pharmaceutical hot melt extrusion  
International Journal of Pharmaceutics 455 (2013) 1-2, S. 159-168  
DOI: 10.1016/j.ijpharm.2013.07.044
- [4] Peters, O.;  
Schwerdtfeger, M.;  
Wietzke, S.;  
et al. Terahertz spectroscopy for rubber production testing  
Polymer Testing 32 (2013) 5, S. 932-936  
DOI: 10.1016/j.polymertesting.2013.05.003
- [5] Repka, M. A.;  
Bandari, S.;  
Kallakunta, V. R.;  
et al. Melt extrusion with poorly soluble drugs – An integrated review  
International Journal of Pharmaceutics 535 (2018) 1, S. 68-85  
DOI: 10.1016/j.ijpharm.2017.10.056
- [6] Manas-Zloczower, I. Continuous Process Visualization: Visual Observation, On-Line Monitoring, Model-Fluid Extrusion and Simulation.  
In: Manas-Zloczower, Mixing and compounding of polymers: theory and practice  
Carl Hanser Verlag, München, 2012, S. 473-576  
DOI: 10.3139/9783446433717.015

- [7] Haberstroh, E.; Jakisch, L.; Henssge, E.; et al. Real-Time Monitoring of reactive extrusion processes by means of In-Line infrared spectroscopy and infrared temperature measurement  
Macromolecular materials and engineering 287 (2002) 3, S. 203-208  
DOI: 10.1002/1439-2054(20020301)287:3<203::AID-MAME203>3.0.CO;2-8
- [8] Michaeli, W.; Grefenstein, A. Engineering analysis and design of twin-screw extruders for reactive extrusion  
Advances in Polymer Technology 14 (1995) 4, S. 263-276  
DOI: 10.1002/adv.1995.060140401
- [9] Becker, W.; Guschin, V.; Mikonsaari, I. Turbidimetric method for the determination of particle sizes in polypropylene/clay-composites during extrusion  
Analytical and Bioanalytical Chemistry 409 (2017) 3, S. 741-751  
DOI: 10.1007/s00216-016-0038-3
- [10] Stradins, L.; Osswald, T. A. Simulating the flow of multi-domain polymer blends during mixing using BEM  
Engineering Analysis with Boundary Elements 16 (1995) 2, S. 197-202.  
DOI: 10.1016/0955-7997(95)00055-0
- [11] Hitzer, P.; Bäuerle, T.; Drieschner, T.; et al. Process analytical techniques for hot-melt extrusion and their application to amorphous solid dispersions  
Analytical and Bioanalytical Chemistry, 409 (2017) 18, S. 4321-4333  
DOI: 10.1007/s00216-017-0292-z
- [12] Hamatschek, J. Lebensmitteltechnologie: Die industrielle Herstellung von Lebensmitteln aus landwirtschaftlichen Rohstoffen  
Ulmer Verlag, Hohenheim, 2016
- [13] Osborne, B. G. Near infrared spectroscopic studies of starch and water in some processed cereal foods  
Journal of Near Infrared Spectroscopy 4 (1996) 1, S. 195-200  
DOI: 10.1255/jnirs.90

- [14] Ehrenstein, G.W.; Riedel, G.; Trawiel, P. Thermal Analysis of Plastics: Theory and Practice  
Carl Hanser Verlag, München, 2004  
DOI: 10.3139/9783446434141
- [15] Kessler, R. W. Prozessanalytik - Strategien und Fallbeispiele aus der industriellen Praxis  
Wiley-VCH Verlag, Weinheim, 2006  
DOI: 10.1002/3527608990
- [16] Nembhard, H. B.; Ferrier, N. J.; Osswald, T. A.; et al. An integrated model for statistical and vision monitoring in manufacturing transitions  
Quality and Reliability Engineering International 19 (2003) 6, S. 461-476  
DOI: 10.1002/qre.517
- [17] Botos, J.; Murail, N.; Heidemeyer, P.; et al. Color measurement of plastics - From compounding via pelletizing, up to injection molding and extrusion.  
AIP Conference Proceedings 1593 (2014) 1, S. 16-19  
DOI: 10.1063/1.4873725
- [18] Hochrein, T.; Alig, J. Prozessmesstechnik in der Kunststoffaufbereitung  
Vogel Buchverlag, Würzburg, 2011
- [19] Wesholowski, J.; Prill, S.; Berghaus, A.; et al. Inline UV/Vis spectroscopy as PAT tool for hot-melt extrusion  
Drug Delivery and Translational Research 8 (2018) 1, S. 1-9  
DOI: 10.1007/s13346-017-0465-5
- [20] Fel, E.; Massardier, V.; Mélis, F.; et al. Residence time distribution in a high shear twin screw extruder  
International polymer processing 29 (2014) 1, S. 71-80  
DOI: 10.3139/217.2805
- [21] Chen, T.; Patterson, W.; Dealy, J. On-line measurement of residence time distribution in a twin-screw extruder  
International polymer processing 10 (1995) 1, S. 3-9  
DOI: 10.3139/217.950003



- [22] Witschnigg, A.; Laske, S.; Holzer, C. NIR – Spectroscopy: A Sophisticated Tool for Process and Quality Control  
ANTEC Conference, 28.04.-30.04.2014, Proceedings of the Society of Plastics Engineering, SPE, Las Vegas
- [23] Fischer, D.; Sahre, K.; Abdelrhim, M.; et al. Process monitoring of polymers by in-line ATR-IR, NIR and Raman spectroscopy and ultrasonic measurements  
Comptes Rendus Chimie 9 (2006) 11, S. 1419-1424  
DOI: 10.1016/j.crci.2006.06.006
- [24] Alig, I.; Steinhoff, B.; Lellinger, D. Monitoring of polymer melt processing  
Measurement Science and Technology 21 (2010), S. 062001, 19 Seiten  
DOI: 10.1088/0957-0233/21/6/062001
- [25] Lundsberg-Nielsen, L.; Schlindwein, W.S.; Berghaus, A.; et al. Process Analytical Technology (PAT).  
In: Pharmaceutical Quality by Design  
Wiley, New York, 2018  
DOI: 10.1002/9781118895238.ch9
- [26] Jarukumjorn, K.; Min, K. On-Line Monitoring of Free Radical Grafting in a Model Twin Screw Extruder  
ANTEC Conference, 07.05.-11.05.2000, Proceedings of the Society of Plastics Engineering, SPE, 2064-2068, Orlando
- [27] Everall, N.; King, B. Raman spectroscopy for polymer characterization in an industrial environment  
Macromolecular Symposia, Wiley Online Library (1999), S. 103-116  
DOI: 10.1002/masy.19991410111
- [28] Barnes, S.; Brown, E.; Sibley, M.; et al. Vibrational spectroscopic and ultrasound analysis for in-process characterization of high-density polyethylene/polypropylene blends during melt extrusion  
Applied Spectroscopy 59 (2005) 5, S. 611-619.  
DOI: 10.1366/0003702053946001

- [29] Ehrenstein, G.W.; Pongratz, S.; Anderson, P.I. Resistance and Stability of Polymers  
Carl Hanser Verlag, München, 2013  
DOI: 10.3139/9783446437098
- [30] Kugler, C.; Wirthwein, M. Workshop: 100% Kontrolle in Produktionsprozessen  
1. Qualitätsgipfel Kunststoffe, 28.-30.11.2016  
Würzburg
- [31] N.N. Process Analytical Technology Initiative der U.S.  
Food and Drug Administration  
<http://www.fda.gov/aboutfda/centersoffices/officeofmedicinalproductsandtobacco/cder/ucm088828.htm>  
(abgerufen am 26.05.2018)
- [32] N.N. Industrie 4.0 Digitale Wirtschaft und Gesellschaft des  
Bundesministeriums für Bildung und Forschung  
<https://www.bmbf.de/de/zukunftsprojekt-industrie-4-0-848.html>  
(abgerufen am 26.05.2018)
- [33] Froese, T. Kennzahlenbasierte Prozessregelung zur  
Kostensenkung und Qualitätssicherung  
1. Qualitätsgipfel Kunststoffe, 28.-30.11.2016  
Würzburg

### Bibliography

DOI 10.3139/O999.03052018  
Zeitschrift Kunststofftechnik / Journal of Plastics  
Technology 14 (2018) 5; page 348–366  
© Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG  
ISSN 1864 – 2217

**Stichworte:**

Cleaning in Place, CIP, Extrusion, Polymere, Kunststoffe, Inline Prozessanalytik, PAT, optische Spektroskopie, optische Sonde, Echtzeit, Dauerbetrieb

**Keywords:**

Cleaning in Place, CIP, extrusion, polymers, plastics, inline process analytics, PAT, optical spectroscopy, optical probe, real-time, continuous operation

**Autor / author:**

M. Sc. Tim Bäuerle  
Dr. rer. nat. Edwin Ostertag  
M. Sc. Tobias Drieschner  
Dr. rer. nat. Anita Lorenz  
Dipl.-Ing. Joachim Mannhardt  
Prof. Dr. Günter Lorenz  
Prof. Dr. Karsten Rebner  
Process Analysis & Technology  
Reutlingen University  
Alteburgstraße 150  
72762 Reutlingen

E-Mail: [edwin.ostertag@reutlingen-university.de](mailto:edwin.ostertag@reutlingen-university.de)  
Webseite: [www.reutlingen-university.de/forschung/lehr-und-forschungszentren/process-analysis-and-technology/](http://www.reutlingen-university.de/forschung/lehr-und-forschungszentren/process-analysis-and-technology/)  
Tel.: +49 (0) 7121/271-1428  
Fax: +49 (0) 7121/271-1404

**Herausgeber / Editors:**

Editor-in-Chief  
Prof. em. Dr.-Ing. Dr. h.c. Gottfried W. Ehrenstein  
Lehrstuhl für Kunststofftechnik  
Universität Erlangen-Nürnberg  
Am Weichselgarten 9  
91058 Erlangen  
Deutschland  
Tel.: +49 (0)9131/85 - 29703  
Fax: +49 (0)9131/85 - 29709  
E-Mail: [ehrenstein@lkt.uni-erlangen.de](mailto:ehrenstein@lkt.uni-erlangen.de)

Europa / Europe  
Prof. Dr.-Ing. Dietmar Drummer, verantwortlich  
Lehrstuhl für Kunststofftechnik  
Universität Erlangen-Nürnberg  
Am Weichselgarten 9  
91058 Erlangen  
Deutschland  
Tel.: +49 (0)9131/85 - 29700  
Fax: +49 (0)9131/85 - 29709  
E-Mail: [drummer@lkt.uni-erlangen.de](mailto:drummer@lkt.uni-erlangen.de)

Amerika / The Americas  
Prof. Prof. hon. Dr. Tim A. Osswald, verantwortlich  
Polymer Engineering Center, Director  
University of Wisconsin-Madison  
1513 University Avenue  
Madison, WI 53706  
USA  
Tel.: +1 608/263 9538  
Fax: +1 608/265 2316  
E-Mail: [osswald@engr.wisc.edu](mailto:osswald@engr.wisc.edu)

**Verlag / Publisher:**

Carl-Hanser-Verlag GmbH & Co. KG  
Wolfgang Beisler  
Geschäftsführer  
Kolbergerstraße 22  
D-81679 München  
Tel.: +49 (0)89/99830-0  
Fax: +49 (0)89/98480-9  
E-Mail: [info@hanser.de](mailto:info@hanser.de)

**Redaktion / Editorial Office:**

Dr.-Ing. Eva Bittmann  
Jannik Werner, M.Sc.  
E-Mail: [redaktion@kunststofftech.com](mailto:redaktion@kunststofftech.com)

**Beirat / Advisory Board:**

Experten aus Forschung und Industrie, gelistet unter  
[www.kunststofftech.com](http://www.kunststofftech.com)